

⑤

Int. Cl. 2:

C 08 J 5/16

⑯ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

C 08 K 3/02

C 08 K 7/06

DEUTSCHES PATENTAMT



DE 27 54 461 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 27 54 461

⑫

Aktenzeichen: P 27 54 461.2

⑬

Anmeldetag: 7. 12. 77

⑭

Offenlegungstag: 15. 6. 78

⑮

Unionspriorität:

⑮ ⑮ ⑮

9. 12. 76 V.St.v.Amerika 748931

⑯

Bezeichnung: Abreibbares Material, Verfahren zu dessen Herstellung

⑰

Anmelder: General Electric Co., Schenectady, N.Y. (V.St.A.)

⑱

Vertreter: Schüler, H., Dipl.-Chem. Dr. rer.nat., Pat.-Anw., 6000 Frankfurt

⑲

Erfinder: Morelock, Charles Robert, Ballston Spa, N.Y. (V.St.A.)

DE 27 54 461 A 1

GENERAL ELECTRIC COMPANY

4325-RD-9298

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer geformten abreibbaren Masse, die als Rotationsdichtungsmittel brauchbar ist, gekennzeichnet durch:
 - (1) miteinander Vermischen von 60 bis 80 Gewichtsprozent Siliciumpulver mit einer durchschnittlichen Teilchengröße im Bereich von 25 bis 200 μm mit 20 bis 40 Gewichtsprozent Kohlenstoffasern mit einem Verhältnis von Länge zu Durchmesser von durchschnittlich 1 : 20 und 5 bis 20 Gewichtsprozent eines organischen Binders, bezogen auf das Gewicht der Mischung,

809824/0764

ORIGINAL INSPECTED

- (2) Formen der nach (1) erhaltenen Mischung bei einer Temperatur von bis zu 100 °C und einem Druck von bis zu etwa 210 kg/cm² zur Bildung einer Vorform und
- (3) Formen der nach (2) erhaltenen Vorform unter verringertem Druck bei einer Temperatur bis zu 1600 °C.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Binder Paraffinwachs ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kohlenstofffaser aus einem Kohlenstofffilzgewebe erhalten wurde.
4. Leicht bearbeitbares Material, brauchbar als Rotationsdichtungsmittel mit einer Dichte von 1,1 bis 1,3, dadurch gekennzeichnet, daß das Material das Reaktionsprodukt von 20 bis 40 Gewichtsprozent Kohlenstofffaser, dessen Verhältnis von Länge zu Dichte einen Durchschnittswert von 1 bis 20 hat, mit 60 bis 80 Gewichtsprozent Siliciumpulver mit einer durchschnittlichen Teilchengröße von 25 bis 200 µm ist.
5. Rotationsdichtungsmittel nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß es für eine Gasturbine eingesetzt wird.
6. Rotationsdichtungsmittel nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß es für ein Flugzeugtriebwerk eingesetzt wird.

809824/0764

2754461

Dr. rer. nat. Horst Schüler
PATENTANWALT

3

6060 Frankfurt/Main 1, 6.12.1977
Kaiserstraße 41 Dr. Sb/P/We.
Telefon (0611) 23 55 55
Telex: 04-16759 mapat d
Postscheck-Konto: 282420-602 Frankfurt-M.
Bankkonto: 225/0389
Deutsche Bank AG, Frankfurt/M.

4325-RD-9298

GENERAL ELECTRIC COMPANY
1 River Road
Schenectady. N.Y./U.S.A.

ABREIBBARES MATERIAL - VERFAHREN ZU DESSEN HERSTELLUNG

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines abreibbaren Materials, das als Rotationsdichtungsmittel auf Turbinenscheiben und für Flugzeugtriebwerke brauchbar ist. Mehr im besonderen bezieht sich die Erfindung auf ein Verfahren zum Herstellen von Rotationsdichtungsmitteln durch Erhitzen einer geformten Mischung aus Kohlenstoffasern und Siliciumpulver in einer nicht-oxydierenden Atmosphäre unter reduziertem Druck bis zu einer Temperatur, die ausreicht, das Siliciumpulver in den geschmolzenen Zustand umzuwandeln.

Bisher wurden Rotationsdichtungen, die in verschiedenen Teilen von Energie-erzeugenden Vorrichtungen verwendet wurden, wie Gas-

809824/0764

- 2 -
4

turbinen, nach verschiedenen Verfahren hergestellt, wie in den US-PS 3 383 207 und 3 547 445 beschrieben. Es wurde ein abreibbares Material zur Schaffung einer Dichtung zwischen einem rotierenden und einem stationären Teil benutzt, um eine Gas- oder Flüssigkeitsströmung zwischen den beiden Teilen hindurch zu verhindern. Einige der abreibbaren Materialien beruhten auf der Verwendung eines Epoxy-Harzes und gewisser hohler organischer Teilchen mit einer Schüttdichte von etwa 0,048 bis etwa 0,081 g/cm³ und einem Außendurchmesser von bis zu 0,5 mm. Andere Arten abreibbarer Materialien finden sich in der oben zuerst genannten US-PS und basierten auf der Verwendung hohler, im wesentlichen kugelförmiger Pulverteilchen, insbesondere aus überzogenem Aluminium.

In der älteren deutschen Patentanmeldung P 2707 299.7 ist ein Verfahren zum Herstellen von Reaktionsprodukten durch Infiltrieren mit geschmolzenem Silicium vorgeschlagen. Weiter sind gewisse maschinell bearbeitbare Gußkörper vorgeschlagen sowie ein Verfahren zu deren Herstellung. Die Gußkörper können als zusammenhängende Schichten auf geformten Keramiksubstraten angewendet werden, wie Verbundkörpern aus Siliciumkarbid und Silicium, die die Form eines Umhüllungsringabschnittes für eine Gasturbine haben können. Wie in der vorgenannten älteren deutschen Patentanmeldung ausgeführt, können solche zusammenhängenden Schichten oder Verbundkörper mit daran gebundenen zusammenhängenden Schichten mit einer Keramikgrundlage hergestellt werden durch Infiltrierenlassen einer gleichförmigen Mischung aus teilchenförmigem Kohlenstoff und teilchenförmigem anorganischen Material, wie Bornitrid, das entweder in Berührung steht mit einer geformten Masse aus Siliciumkarbid oder einem Verbundkörper aus Silicium und Siliciumkarbid oder einer Kohlenstoffaser-Vorform, mit geschmolzenem Silicium in einer Form. Obwohl dieses vorgeschlagene Verfahren wertvolle bearbeitbare Gußkörper und Verbundstoffe herzustellen gestattet, die aus einer Keramikgrundlage und einer abreibbaren Oberflächenschicht bestehen, erfordert das Verfahren doch das Einbringen eines geformten Teiles in eine Form und das Infiltrieren mit geschmolzenem Silicium von außen in die Form, um an Ort und Stelle einen bearbeitbaren Gußkörper oder Verbund-

809824/0764

stoff zu bilden, der den verarbeitbaren Gußkörper als abreibbare Schicht aufweist. Das durch Infiltration von geschmolzenem Silicium erhaltene Reaktionsprodukt weist hinterher Spitzen auf, die vor der Einsetzbarkeit des fertigen Teiles entfernt werden müssen. Es wäre daher erwünscht, ein abreibbares Material herzustellen, das als Rotationsdichtungsmittel eingesetzt werden kann, um Flüssigkeiten oder Gase bei verschiedenen Drucken innerhalb einer Gasturbine oder eines Flugzeugtriebwerkes am Vermischen zu hindern, ohne daß dazu eine Infiltration von geschmolzenem Silicium in einen begrenzten Hohlraum erforderlich ist, was zur Herstellung geformter Reaktionsprodukte führt, die eine maschinelle Bearbeitung erfordern.

Die vorliegende Erfindung beruht auf der Feststellung, daß Mischungen von Siliciumpulver und Kohlenstoffasern, die bis zu 10 Gewichtsprozent eines Binders enthalten, unter Wärme und Druck zu einer Vorform gestaltet werden können und daß man diese Vorform danach bei Temperaturen bis zu 1600 °C in einer nicht-oxydierenden Atmosphäre und unter verringertem Druck zu abreibbaren Rotationsdichtungen formen kann, die in einer Reihe von Anwendungen brauchbar sind.

Durch die vorliegende Erfindung wird somit ein Verfahren zum Herstellen einer geformten abreibbaren Masse geschaffen, die brauchbar ist als Rotationsdichtungsmittel und folgende Stufen umfaßt:

- (1) Miteinandervermischen von 60 bis 80 Gewichtsprozent Siliciumpulver mit einer durchschnittlichen Teilchengröße im Bereich von 25 bis 200 μm , mit 20 bis 40 Gewichtsprozent Kohlenstoffaser mit einem Verhältnis von Länge zu Durchmesser von durchschnittlich 1 : 20 und 5 bis 20 Gewichtsprozent eines organischen Binders, bezogen auf das Gewicht der Mischung,
- (2) Formen der nach (1) erhaltenen Mischung bei einer Temperatur von bis zu 100 °C und einem Druck von bis zu etwa 210 kg/cm^2 zur Herstellung einer Vorform und

809824/0764

- (3) Formen der nach (2) erhaltenen Vorform unter verringertem Druck und bei einer Temperatur von bis zu 1600 °C.

Die für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens brauchbaren organischen Binder zur Herstellung von Rotationsdichtungen sind zum Beispiel Epoxy-Harz, Paraffin, Acrylester-Harze, Polystyrole und andere.

Die bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens brauchbaren Kohlenstoffasern sind von der Union Carbide Corporation erhältlich, zerkleinerter WDF-Graphit-Filz und zerstoßenes WCA-Graphitgewebe.

Bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens können die abreibbaren Dichtungsmittel hergestellt werden, indem man zuerst Siliciumpulver, Kohlenstoffasern und Binder miteinander vermischt. Dann kann man die trockene Mischung behandeln, um den Binder zu aktivieren, bevor die Mischung in die Vorform gebracht wird. Die Vorform kann dann in eine mit einem Entformungsmittel behandelte Form eingebracht werden, die an die Vorform angepaßt ist. Die Vorform kann man unter verringertem Druck erhitzen, während in der Form eine Temperatur eingestellt wird, die ausreicht, das pulverisierte Silicium in den geschmolzenen Zustand zu überführen, um an Ort und Stelle eine Umsetzung zwischen dem geschmolzenen Silicium und den Kohlenstoffasern in einer im wesentlichen nicht-oxydierenden Atmosphäre zustandezubringen.

In Abhängigkeit von der Art des eingesetzten Binders kann die Bildung der Vorform aus der Mischung aus Siliciumpulver und Kohlenstoffaser variieren. Die Erfahrung hat gezeigt, daß in den meisten Fällen die Vorform hergestellt werden kann, indem man die Mischung in einer Form anordnet und sie zu der gewünschten Gestalt preßt. Der Formhohlraum, der zum Herstellen der Vorform benutzt wird, ist im allgemeinen von gleicher Gestalt wie der Formhohlraum, der benutzt wird, das endgültige bearbeitbare geformte Rotationsdichtungsmaterial herzustellen.

Geeignete Entformungsmittel für die Behandlung der inneren Ober-

809824/0764

-5-
7

fläche der Form bei der Umwandlung der Vorform in das bearbeitbare Rotationsdichtungsmaterial sind zum Beispiel Bornitrid und andere. Es wurde festgestellt, daß die Vorform in 5 Minuten oder weniger bis zu 30 Minuten oder mehr in das bearbeitbare Rotationsdichtungsmaterial umgewandelt werden kann, je nach der Geschwindigkeit, mit der die Form aufgeheizt wird. Es können Temperaturen im Bereich von 1500 bis 1800 °C benutzt werden. Brauchbare Ergebnisse können bei verringerten Drucken von 0,01 bis 2000 Torr und vorzugsweise von 0,1 bis 100 Torr erhalten werden.

In Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Vorform kann das erhaltene, maschinell bearbeitbare Rotationsdichtungsmittel eine Dichte im Bereich von 1 bis 2 aufweisen. In den meisten Fällen können optimale Abreib-Eigenschaften erhalten werden, während man gleichzeitig zufriedenstellende Dichtungseigenschaften erhält, wenn die Dichte des Rotationsdichtungsmittels im Bereich von 1,1 bis 1,3 liegt, wozu die ursprüngliche Mischung 72 bis 70 Gewichtsprozent Siliciumpulver und 28 bis 30 Gewichtsprozent Kohlenstoff-faser enthält.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert. Alle Teile sind Gewichtsteile.

Beispiel 1.

Eine Mischung von 0,5 Teilen WDF-Filz, einem Produkt der Union Carbide Corporation, der mit einem Druck von etwa 210 kg/cm² zerkleinert worden war, einem Teil Siliciumpulver mit einer Teilchengröße von etwa 0,18 mm und kleiner sowie 0,1 Teil Paraffinwachs wurde trocken gemischt und dann 10 Minuten auf 100 °C erwärmt und nochmals gemischt. Eine Vorform wurde hergestellt, indem man die Mischung in einer Form anordnete, die einen Hohlraum von etwa 22,2 x etwa 3,2 mm aufwies und mit einem Druck von etwa 210 kg/cm² presste. Die erhaltene Scheibe ordnete man in einer mit Bornitrid behandelten Form an, deren Hohlraumabmessungen im wesentlichen die der vorgenannten Form waren. Man erhitzte die Vorform 20 Minuten auf 1500 °C bei einem Druck von 0,5 Torr. Dann

809824/0764

- 8 -
8

ließ man die Form sich abkühlen und nahm die Scheibe heraus. Sie erwies sich als starr und porös und konnte leicht mit einer Metallsäge zerschnitten werden.

Beispiel 2.

Eine Mischung von 1,8 Teilen WCA-Gewebe, einem Produkt der Union Carbide Corporation, das mit einem Druck von etwa 1050 kg/cm^2 zerkleinert worden war, 4,7 Teilen Siliciumpulver mit einer Teilchengröße von etwa $0,074 \text{ mm}$ und mehr (200 mesh) und 0,6 Teilen Epoxy-Harz wurde gemischt. Durch Anordnen dieser Mischung in einer Form mit einem Hohlraum von etwa $38 \times 43 \times 3,2 \text{ mm}$ und Pressen mit etwa 210 kg/cm^2 bei 100°C für 30 Minuten wurde eine Vorform hergestellt. Die erhaltene Scheibe wurde aus der Form herausgenommen und dann auf einer vorher bearbeiteten Siliciumpulver-Rotationsdichtungs-rückseite mit 0,1 Teil Epoxy-Harz befestigt. Dies Ganze ordnete man in einer Bornitrid-behandelten Form an und erhitzte für 20 Minuten auf eine Temperatur von 1550°C , während der Druck bei 100 Torr gehalten wurde.

Man ließ die Form sich abkühlen und nahm den Verbundstoff aus Scheibe und Siliciumpulver-Rückplatte heraus. Die Scheibe war starr und porös und mittels einer Siliciumpulver-Bindung fest mit der Siliciumpulver-Rückplatte verbunden und konnte leicht mit einer Metallsäge zerschnitten werden.

809824/0764